

⑤①

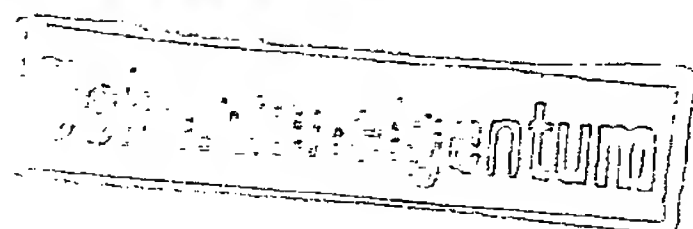
Int. Cl. 2:

**C 08 L 29/04**

①⑨ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

C 08 J 3/12

**DEUTSCHES PATENTAMT**



**DE 28 41 238 A 1**

①①

# **Offenlegungsschrift 28 41 238**

②①

Aktenzeichen:

P 28 41 238.6

②②

Anmeldetag:

22. 9. 78

④③

Offenlegungstag:

3. 4. 80

③①

Unionspriorität:

③② ③③ ③①

—

⑤④

Bezeichnung:

Weichmacherhaltiges Polyvinylalkohol-Granulat

⑥①

Zusatz zu:

P 28 12 684.3

⑦①

Anmelder:

Hoechst AG, 6000 Frankfurt

⑦②

Erfinder:

Zimmermann, Wolfgang, Dipl.-Chem. Dr.;  
Harreus, Albrecht, Dipl.-Chem. Dr.; 6233 Kelkheim

**DE 28 41 238 A 1**

PATENTANSPRÜCHE:

1. Thermoplastisch verarbeitbares, weichmacherhaltiges, rieselfähiges, nicht klebendes Polyvinylalkohol-Granulat, hergestellt durch intensives und homogenes Vermischen von 100 Gewichtsteilen eines trockenen  
5 Polyvinylalkohol-Granulats, das zu mindestens 70 Gewichtsprozent aus Partikeln mit einem Durchmesser von 0,4 bis 4 mm besteht, mit 5 bis 50 Gewichtsteilen eines Weichmachers in Gegenwart einer solchen Menge Wasser, die unter Normalbedingungen zur Lösung des Polyvinyl-  
10 alkohols nicht ausreicht, wobei die Temperatur des Gemisches während des Mischvorgangs derart erhöht und wieder gesenkt wurde, daß die Polyvinylalkohol-Partikel quollen und vorübergehend agglomerierten, nach Patent-  
anmeldung P 28 12 684.3, dadurch gekennzeichnet, daß  
15 das Vermischen in Gegenwart von 1 bis 15 Gewichtsteilen einer feinteiligen, in Wasser löslichen oder dispergierbaren, hochmolekularen organischen Verbindung durchgeführt wurde, die aus Partikeln mit Durchmessern von höchstens 300 µm bestand.  
20
2. Verfahren zur Herstellung eines thermoplastisch verarbeitbaren, weichmacherhaltigen, rieselfähigen, nicht klebenden Polyvinylalkohol-Granulats durch Vermischen  
eines Polyvinylalkohol-Granulats mit einem Weichmacher,  
25 wobei 100 Gewichtsteile eines trockenen Polyvinylalkohol-Granulats, das zu mindestens 70 Gewichtsprozent aus Partikeln mit einem Durchmesser von 0,4 bis 4 mm besteht, und 5 bis 50 Gewichtsteile eines Weichmachers in Gegenwart einer solchen Menge Wasser, die unter  
30 Normalbedingungen zur Lösung des Polyvinylalkohols nicht ausreicht, intensiv und homogen miteinander vermischt werden und die Temperatur des Gemisches während des Mischvorgangs derart erhöht und

030014/0268

ORIGINAL INSPECTED

- wieder gesenkt wird, daß die Polyvinylalkohol-Partikel quellen und vorübergehend agglomerieren, nach Patentanmeldung P 28 12 684.3, dadurch gekennzeichnet, daß das Vermischen in Gegenwart von 1 bis 5 15 Gewichtsteilen einer feinteiligen, in Wasser löslichen oder dispergierbaren, hochmolekularen organischen Verbindung durchgeführt wird, die aus Partikeln mit Durchmessern von höchstens 300 µm besteht.
- 10 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als hochmolekulare Verbindung ein Vinylpolymer verwendet wird.
- 15 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Vinylpolymer ein Polyvinylalkohol, Polyvinylester oder Polyvinylacetal verwendet wird.
- 20 5. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die hochmolekulare Verbindung in einer Menge von 5 bis 20 Gewichtsteilen verwendet wird.
- 25 6. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als hochmolekulare Verbindung eine Verbindung mit einem durchschnittlichen Polymerisationsgrad (Gewichtsmittel) von mindestens 200 verwendet wird.
- 30 7. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die hochmolekulare Verbindung in Form einer Dispersion verwendet wird.
- 35 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die dispergierte hochmolekulare Verbindung Partikeldurchmesser im Bereich von 0,1 bis 10 µm aufweist.

9. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß die hochmolekulare Verbindung in Form eines  
durch Sprühtrocknen erhaltenen Pulvers verwendet  
wird.

5

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet,  
daß die pulverförmige hochmolekulare Verbindung  
Partikeldurchmesser im Bereich von 10 bis 300 µm  
aufweist.

10

11. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß die hochmolekulare Verbindung dem Polyvinyl-  
alkohol-Granulat vor der Zugabe des Weichmachers  
zugefügt wird.



HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT HOE 78/F 195

Dr. EG/Wa

Weichmacherhaltiges Polyvinylalkohol-Granulat

Es ist bekannt, daß Polyvinylalkohol (PVAL) auf thermoplastischem Wege nicht ohne weiteres verarbeitet werden kann, da er sich bereits unterhalb der Erweichungstemperatur thermisch zersetzt. Für die thermoplastische  
5 Verarbeitung ist es daher erforderlich, daß der Erweichungsbereich des PVAL herabgesetzt wird; dies geschieht üblicherweise durch die Einarbeitung von Weichmachern.

Handelsüblicher PVAL liegt überwiegend als Pulver vor.  
10 Eine homogene Einarbeitung von Weichmachern in ein solches Produkt ist dadurch erschwert, daß die PVAL-Partikel je nach Größe unterschiedliche Weichmachermengen aufnehmen. Die thermoplastische Verarbeitung des weichmacherhaltigen PVAL führt daher leicht zu Formkörpern, in denen der  
15 Weichmacher inhomogen verteilt ist, was sich auf die Eigenschaften des Formkörpers nachteilig auswirkt.

Die Herstellung von weichmacherhaltigem Polyvinylalkohol ist ebenfalls bereits bekannt (vgl. z.B. deutsche Offenlegungsschrift 23 02 871 = britische Patentschrift  
20 14 10 744). Bei dem bekannten Verfahren wird die erwünschte gute Durchmischung von PVAL und Weichmacher dadurch erreicht, daß der mit Methanol angequollene PVAL mit dem Weichmacher vermischt und schließlich vom Methanol befreit  
25 wird. Über die Korngröße des dabei eingesetzten PVAL-

- 2 -  
5.

Granulats sind jedoch keine Angaben gemacht. Das bekannte Verfahren hat den Nachteil, daß für die Einarbeitung des Weichmachers methanolfeuchter PVAL benötigt wird; handelsübliches trockenes PVAL-Granulat kann dort nicht verwendet  
5 werden.

Aufgabe der Erfindung ist die Schaffung eines PVAL-Granulats, das rieselfähig und aufgrund seines Weichmachergehalts thermoplastisch verarbeitbar sein soll, wobei  
10 die PVAL-Partikel eine möglichst einheitliche Größe aufweisen und möglichst grobkörnig sein sollen und der Weichmacher in den PVAL-Partikeln in möglichst homogener Verteilung vorliegen soll.

15 Die Lösung dieser Aufgabe ist Gegenstand der Patentanmeldung P 28 12 684.3, die ein thermoplastisch verarbeitbares, weichmacherhaltiges, rieselfähiges, nicht klebendes Polyvinylalkohol-Granulat betrifft, wobei das Polyvinylalkohol-Granulat zu mindestens 70 Gewichtsprozent aus Partikeln  
20 mit einem Durchmesser von 0,8 bis 4 mm besteht, in denen ein Weichmacher homogen verteilt vorliegt.

Die vorgenannte ältere Patentanmeldung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung eines thermoplastisch verarbeitbaren, weichmacherhaltigen, rieselfähigen, nicht klebenden  
25 Polyvinylalkohol-Granulats durch Vermischen eines Polyvinylalkohol-Granulats mit einem Weichmacher, das dadurch gekennzeichnet ist, daß 100 Gewichtsteile eines trockenen Polyvinylalkohol-Granulats, das zu mindestens 70 Gewichts-  
30 prozent aus Partikeln mit einem Durchmesser von 0,4 bis 4 mm besteht, und 5 bis 50 Gewichtsteilen eines Weichmachers in Gegenwart einer solchen Menge Wasser, die unter Normalbedingungen zur Lösung des Polyvinylalkohols nicht ausreicht, intensiv und homogen miteinander vermischt werden  
35 und die Temperatur des Gemisches während des Mischvorgangs derart erhöht und wieder gesenkt wird, daß die Polyvinylalkohol-Partikel quellen und vorübergehend agglomerieren.

030014/0268

- 3 -  
· 6 ·

Die vorliegende Erfindung ist eine weitere Ausgestaltung des Gegenstandes der Patentanmeldung P 28 12 684.3.

Sie betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines thermo-  
5 plastisch verarbeitbaren, weichmacherhaltigen, riesel-  
fähigen, nicht klebenden Polyvinylalkohol-Granulats  
durch Vermischen eines Polyvinylalkohol-Granulats mit  
einem Weichmacher, wobei 100 Gewichtsteile eines trockenen  
Polyvinylalkohol-Granulats, das zu mindestens 70  
10 Gewichtsprozent aus Partikeln mit einem Durchmesser von  
0,4 bis 4 mm besteht, und 5 bis 50 Gewichtsteile eines  
Weichmachers in Gegenwart einer solchen Menge Wasser,  
die unter Normalbedingungen zur Lösung des Polyvinyl-  
alkohols nicht ausreicht, intensiv und homogen miteinander  
15 vermischt werden und die Temperatur des Gemisches während  
des Mischvorgangs derart erhöht und wieder gesenkt wird,  
daß die Polyvinylalkohol-Partikel quellen und vorüber-  
gehend agglomerieren, dadurch gekennzeichnet, daß das  
Vermischen in Gegenwart von 1 bis 15 Gewichtsteilen einer  
20 feinteiligen, in Wasser löslichen oder dispergierbaren,  
hochmolekularen organischen Verbindung durchgeführt wird,  
die aus Partikeln mit Durchmessern von höchstens 300 µm besteht.

Die Erfindung betrifft ferner das nach dem vorgenannten  
25 Verfahren erhaltene Polyvinylalkohol-Granulat.

Der erfindungsgemäß verwendete PVAL wird in bekannter  
Weise hergestellt durch Verseifung, vorzugsweise durch  
Alkoholyse, von Polyvinylestern, vorzugsweise Polyvinyl-  
30 acetat (vgl. z.B. deutsche Patentschrift 17 20 709 =  
britische Patentschrift 11 68 757). Die 4gewichtspro-  
zentige wäßrige Lösung des PVAL weist eine Viskosität  
von 4 bis 70 mPa·s, vorzugsweise 10 bis 60 mPa·s auf  
(gemessen bei einer Temperatur von 20°C). Die Esterzahl  
35 des PVAL liegt im Bereich von 10 bis 250 mg KOH/g, vor-  
zugsweise 20 bis 200 mg KOH/g.



- 4 -

. 7 .

Ein wesentliches Merkmal der Haupterfindung ist die Verwendung von PVAL-Granulat, das überwiegend aus Partikeln einer bestimmten Größenordnung besteht, als Ausgangsmaterial zur Herstellung des gewünschten weichmacherhaltigen Produktes. Mindestens 70 Gewichtsprozent, vorzugsweise mindestens 90 Gewichtsprozent des Ausgangs-PVAL-Granulats sollen aus Partikeln mit einem Durchmesser von 0,4 bis 4 mm, vorzugsweise von 0,6 bis 3 mm bestehen. Der Restanteil von höchstens 30, vorzugsweise höchstens 10 Gewichtsprozent des Ausgangsmaterials besteht hauptsächlich aus Partikeln mit geringerem Durchmesser. Dies ist jedoch nicht nachteilig, da diese feinkörnigen Partikel beim Vermischen mit dem Weichmacher nahezu vollständig zu grobkörnigen Partikeln agglomerieren. Das als Endprodukt erhaltene PVAL-Granulat ist thermoplastisch verarbeitbar, nicht klebend und gut rieselfähig; es besteht im wesentlichen, d.h. zu mindestens 70 Gewichtsprozent, vorzugsweise zu mindestens 90 Gewichtsprozent, aus Partikeln mit einem Durchmesser von 0,8 bis 4 mm, vorzugsweise von 1 bis 3,5 mm.

Ein weiteres Merkmal der Haupterfindung ist die Einarbeitung des Weichmachers in das trockene PVAL-Granulat in Gegenwart von Wasser, und zwar in einer Menge, die unter Normalbedingungen zur Lösung des jeweils eingesetzten PVAL nicht ausreicht. Je nach Art des verwendeten PVAL beträgt die Menge des Wassers 2 bis 40, vorzugsweise 4 bis 30 Gewichtsprozent (bezogen auf den Polyvinylalkohol). Eine Entfernung des nach Beendigung des Mischvorgangs noch vorhandenen Wassers ist nicht erforderlich.

Als Weichmacher eignen sich vor allem mehrwertige aliphatische Alkohole mit Siedepunkten oberhalb 250°C, insbesondere zweiwertige bis sechswertige Alkanole mit



- 5 -  
8.

- 2 bis 6 Kohlenstoffatomen; zwei- oder dreiwertige Alkanole werden bevorzugt eingesetzt. Als Beispiele seien genannt Ethylenglykol, Glycerin, Trimethylolpropan, Neopentylglykol und Sorbit. Anstelle eines  
5 einzigen Weichmachers kann auch ein Gemisch verschiedener Weichmacher verwendet werden. Die Menge des einzusetzen-  
1 den Weichmachers beträgt 5 bis 50, vorzugsweise 10 bis 30 Gewichtsprozent (bezogen auf den Polyvinylalkohol).
- 10 Von großer Bedeutung für das Verfahren der Haupterfindung ist die Temperaturführung während des Mischvorganges. Die Temperatur des Gemisches muß so geführt werden, daß die als Ausgangsmaterial eingesetzten PVAL-Partikel  
15 quellen und vorübergehend agglomerieren. Zu diesem Zweck wird die Temperatur des Gemisches, ausgehend von Raumtemperatur, kontinuierlich zunächst bis zu einem Maximum erhöht und dann wieder gesenkt, wobei sich während der  
20 Temperatursteigerung lockere PVAL-Agglomerate bilden, die nach Erreichen des Temperaturmaximums leicht wieder zerfallen. Das Temperaturmaximum übersteigt 140°C  
nicht und liegt vorzugsweise im Bereich von 100 bis 130°C; in der Abkühlungsphase wird die Temperatur auf  
40 bis 70°C und vorzugsweise auf 35 bis 60°C gesenkt. Die Temperaturerhöhung und die Temperaturerniedrigung  
25 werden vorzugsweise in etwa gleichen Zeiträumen durchgeführt.

- Die vorliegende Zusatzerfindung ist dadurch charakterisiert, daß das Vermischen des Polyvinylalkohol-Granulats  
30 mit dem Weichmacher in Gegenwart von 1 bis 15, vorzugsweise 2 bis 12 Gewichtsteilen (bezogen auf 100 Teile Polyvinylalkohol-Granulat) einer feinteiligen, in Wasser löslichen oder dispergierbaren, hochmolekularen organischen Verbindung durchgeführt wird. Der Partikel-  
35 durchmesser der hochmolekularen Verbindung beträgt im allgemeinen höchstens 300 µm und liegt vorzugsweise im Bereich von 0,1 bis 300 µm. Der durchschnittliche Poly-

- 6 -  
. 9 .

merisationsgrad (Gewichtsmittel  $\bar{P}_w$ ) der hochmolekularen Verbindung beträgt mindestens 200 und liegt vorzugsweise im Bereich von 300 bis 5000.

- 5 Die hochmolekulare Verbindung kann natürlichen Ursprungs oder synthetisch hergestellt sein. Geeignet sind beispielsweise Stärke und Stärkederivate, Cellulosederivate wie Methylcellulose und Carboxyhydroxycellulose, Kasein und Gelatine sowie insbesondere Vinylpolymere. Als  
10 Vinylpolymere eignen sich vor allem Polyvinylalkohol selbst und Derivate des Polyvinylalkohols, insbesondere Polyvinylester wie Poly(vinylacetat) und Poly(vinylpropionat), Polyvinylacetale wie Poly(vinylformal) und Poly(vinylbutyral). Auch Copolymere verschiedener  
15 Vinylverbindungen sind verwendbar, vorzugsweise Copolymere des Vinylacetats mit Ethylen, Maleinsäurediestern, Fumarsäurediestern, Acrylsäureestern, Methacrylsäureestern oder Acrylnitril, wobei die Alkoholkomponente der vorgenannten Ester vorzugsweise 2 bis 8 Kohlenstoffatome  
20 aufweist.

Die hochmolekulare Verbindung wird im allgemeinen in Pulverform verwendet; das Pulver wird vorzugsweise durch  
25 Sprühtrocknen einer entsprechenden Lösung oder Dispersion erhalten. Der Durchmesser der Pulverpartikel beträgt zweckmäßigerweise 10 bis 300  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise 20 bis 200  $\mu\text{m}$ . Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß die hochmolekulare Verbindung in Form einer wäßrigen Dispersion eingesetzt  
30 wird. Hierbei liegt der Partikeldurchmesser der dispergierten hochmolekularen Verbindung vorzugsweise im Bereich von 0,1 bis 10  $\mu\text{m}$  und besonders vorteilhaft im Bereich von 0,2 bis 8  $\mu\text{m}$ .

- 35 Die hochmolekulare Verbindung wird dem PVAL-Granulat vorzugsweise vor der Zugabe des Weichmachers zugefügt; sie kann aber auch gleichzeitig oder im Gemisch mit dem

- 10 -

Weichmacher zu dem vorgelegten PVAL-Granulat gegeben werden.

5 Für den gesamten Mischvorgang wird je nach Art und Menge der Mischkomponenten und der Art der Mischvorrichtung ein Zeitraum von 10 Minuten bis 3 Stunden benötigt. Während des Vermischens der trockenen PVAL-Partikel mit dem flüssigen Weichmacher/Wasser-Gemisch quellen die Partikel, wodurch die Diffusion des Weichmachers in das  
10 Partikelinnere erleichtert wird.

Der Weichmacher soll möglichst homogen in den PVAL-Partikeln verteilt werden. Dies läßt sich dadurch erreichen, daß solche Mischvorrichtungen verwendet  
15 werden, die eine intensive und bleibende Durchmischung der Mischkomponenten gewährleisten. Besonders geeignete Mischvorrichtungen sind Zwangsmischer mit vertikal oder horizontal angeordnetem Rührer sowie Planetenrührwerke. Die Mischvorrichtungen sind zweckmäßigerweise mit  
20 Heiz- und Kühleinrichtungen ausgerüstet. Die oben erwähnte Temperaturerhöhung erfolgt je nach Art der Mischvorrichtung durch Friktionswärme oder Mantelheizung.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch kontinuierlich  
25 durchgeführt werden, z.B. in waagrecht liegenden Reaktionsrohren mit Schaufelrührwerk oder Schnecke sowie in kontinuierlich arbeitenden Knetern, jeweils ausgerüstet mit den erforderlichen Heiz- und Kühlzonen.

30 Hilfsstoffe, die die thermoplastische Verarbeitung des PVAL-Granulats erleichtern, können ebenfalls in das Granulat eingearbeitet werden. In Frage kommen vor allem Gleitmittel, z.B. Stearinsäure, Wachse, Polyethylenglykol, feinteilige Kieselsäuren und Erdalkali-  
35 stearate, vorzugsweise Calciumstearat, sowie Hitze-stabilisatoren und Farbstoffe. Die Menge solcher Hilfsstoffe beträgt insgesamt höchstens 3 Gewichtsprozent,

- 8 -

. 11.

vorzugsweise 0,04 bis 1,0 Gewichtsprozent (bezogen auf Polyvinylalkohol).

- Das erfindungsgemäße PVAL-Granulat kann ohne Schwierig-
- 5 keiten thermoplastisch verformt werden, z.B. durch Pressen, Spritzgießen und Extrudieren. Es eignet sich zur Herstellung von beliebigen Formkörpern, z.B. Platten, Rohren, Profilen, Fasern und insbesondere Folien.
- 10 Die gute Verarbeitbarkeit des erfindungsgemäßen PVAL-Granulats beruht vor allem darauf, daß durch das Vermischen des Ausgangsmaterials mit Weichmacher in Gegenwart einer feinteiligen hochmolekularen organischen
- 15 Verbindung eine zusätzliche Egalisierung der PVAL-Partikel erzielt wird. Dadurch wird die Plastifizierung des weichgemachten PVAL-Granulats bei der thermoplastischen Verarbeitung wesentlich erleichtert. Darüberhinaus zeigen manche hochmolekularen Verbindungen
- 20 noch eine ausgeprägte Gleitmittelwirkung.

- Die Erfindung wird durch die nachstehenden Beispiele näher erläutert. Durch Figur 1 bis 4 wird der Effekt des erfindungsgemäßen Verfahrens veranschaulicht,
- 25 nämlich eine Vergrößerung und Egalisierung der Partikelgrößen des PVAL-Granulats. Figur 1 bis 4 geben die durch Siebanalyse ermittelte Korngrößenverteilungen des jeweiligen Ausgangsmaterials (Kurve 1) und des Endprodukts (Kurve 2) wieder. Auf Abszisse
- 30 ist der Partikeldurchmesser (mm) und auf der Ordinate der Siebdurchgang (%) aufgetragen. Dabei ist die Steigung der Kurven ein Maß für die Einheitlichkeit der PVAL-Partikel.

- 8 -  
12.

Beispiel 1

In einem 35-Liter-Zwangsmischer (Hersteller: Firma Papenmeier, Detmold) wird ein Gemisch aus

1                   6,0 kg eines handelsüblichen PVAL-Granulats  
5                   (Esterzahl: 90 mg KOH/g; Viskosität der 4-  
                  gewichtspromilleigen wässrigen Lösung:  
                  30 mPa·s; Partikeldurchmesser:  
                  0,5 bis 3mm) und

10                   0,3 kg eines Polyvinylacetat-Pulvers  
                  (durchschnittlicher Polymerisationsgrad: 1500)  
                  Partikeldurchmesser: 20 bis 200 µm)

15                   vorgelegt. Zu dieser Vorlage wird unter Rühren (1200 Upm)  
                  bei Raumtemperatur ein Gemisch aus

                  1,2 kg Glycerin und  
                  0,3 kg Wasser

20                   gegeben. Nach etwa 3 min       beginnen die PVAL-Partikel  
                  zu agglomerieren, und nach etwa 16 min werden die  
                  Agglomerate wieder zerschlagen. Während des Mischvor-  
                  ganges steigt die Temperatur innerhalb von 15 min auf  
                  105°C und wird durch Mantelkühlung und Reduzierung der  
                  Rührgeschwindigkeit auf 600 Upm innerhalb von 10 min  
25                   auf 50°C gesenkt. Dann wird das weichmacherhaltige  
                  PVAL-Granulat abgelassen. Es besteht aus Partikeln  
                  mit Durchmessern im Bereich von 1,2 bis 3,7 mm und ist  
                  gut rieselfähig und nicht klebend. Die Korngrößenver-  
                  teilung des Ausgangsmaterials (Kurve 1) und des End-  
30                   produkts (Kurve 2) ist aus Figur 1 ersichtlich.

- 10 -  
• 13.

## Beispiel 2

In dem in Beispiel 1 verwendeten Mischgerät werden

5                   6,0 kg eines handelsüblichen PVAL-Granulats  
                  (Esterzahl: 20 mg KOH/g; Viskosität der  
                  4-gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung:  
                  20 mPa·s; Partikeldurchmesser: 0,6 bis  
                  2,5 mm)

10                   vorgelegt. Zu dieser Vorlage wird unter Rühren (1200 Upm)  
                  bei Raumtemperatur ein Gemisch aus

                  1,05 kg Glycerin,  
                  0,3 kg Wasser und  
                  1,2 kg einer 50-gewichtsprozentigen wäßrigen  
15                   Polyvinylacetat-Dispersion (durch-  
                  schnittlicher Polymerisationsgrad: 1500 ;  
                  Partikeldurchmesser: 0,6 bis 6,0 µm)

                  gegeben. Nach etwa 3 min beginnen die PVAL-Partikel zu  
                  agglomerieren, und nach etwa 16 min werden die Agglomerate  
20                   wieder zerschlagen. Während des Mischvorgangs wird die  
                  Temperatur innerhalb von 10 min auf 110°C erhöht und  
                  dann durch Mantelkühlung und Reduzierung der Rührge-  
                  schwindigkeit auf 600 Upm innerhalb von 15 min auf  
                  50°C gesenkt. Dann wird das weichmacherhaltige PVAL-  
25                   Granulat abgelassen. Es besteht aus Partikeln mit Durch-  
                  messern im Bereich von 0,45 bis 4,0 mm und ist gut  
                  rieselfähig und nicht klebend. Die Korngrößenverteilung  
                  des Ausgangsmaterials (Kurve 1) und des Endprodukts  
                  (Kurve 2) ist aus Figur 2 ersichtlich.



- 11 -  
14.

Beispiel 3

In dem in Beispiel 1 verwendeten Mischgerät wird ein Gemisch aus

5 6,0 kg eines handelsüblichen PVAL-Granulats  
(Esterzahl: 140 mg KOH/g; Viskosität  
der 4-gewichtsprozentigen wäßrigen  
Lösung: 18 mPa·s; Partikeldurchmesser:  
0,4 bis 4,0 mm) und

10 0,15 kg eines Polyvinylbutyral-Pulvers  
(durchschnittlicher Polymerisationsgrad:  
1600 ; Partikeldurchmesser: 100 bis  
200 µm)

15 vorgelegt. Zu dieser Vorlage wird unter Rühren (1200 Upm)  
bei Raumtemperatur ein Gemisch aus

0,75 kg Glycerin und  
0,24 kg Wasser

20 gegeben. Nach etwa 3 min beginnen die PVAL-Partikel zu  
agglomerieren, und nach etwa 16 min werden die Agglomerate  
wieder zerschlagen. Während des Mischvorgangs steigt  
die Temperatur innerhalb von 15 min auf 105°C und wird  
durch Mantelkühlung und Reduzierung der Rührge-  
25 schwindigkeit auf 600 Upm innerhalb von 10 min auf  
50°C gesenkt. Dann wird das weichmacherhaltige PVAL-  
Granulat abgelassen. Es besteht aus Partikeln mit  
Durchmessern im Bereich von 0,9 und 4,0 mm und ist gut  
rieselfähig und nicht klebend. Die Korngrößenverteilung  
30 des Ausgangsmaterials (Kurve 1) und des Endprodukts  
(Kurve 2) ist aus Figur 3 ersichtlich.

- 12 -  
15.

#### Beispiel 4

In dem in Beispiel 1 verwendeten Mischgerät werden

5                   6,0 kg eines handelsüblichen PVAL-Granulats  
                  (Esterzahl: 140 mg KOH/g; Viskosität  
                  der 4-gewichtsprozentigen wäßrigen  
                  Lösung: 18 mPa·s; Partikeldurchmesser:  
                  0,4 bis 4,0 mm)

10           vorgelegt. Zu dieser Vorlage wird unter Rühren (1200 Upm)  
            bei Raumtemperatur ein Gemisch aus

15                   0,75 kg Glycerin,  
                  0,3 kg Wasser und  
                  0,12 kg einer 50-gewichtsprozentigen wäßrigen  
                  Vinylacetat/Dibutylmaleinat-Copolymer-  
                  Dispersion (Monomerverhältnis: 50 : 50;  
                  durchschnittlicher Polymerisationsgrad:  
                  1200;     Partikeldurchmesser: 0,6 bis  
                  6,0 µm)

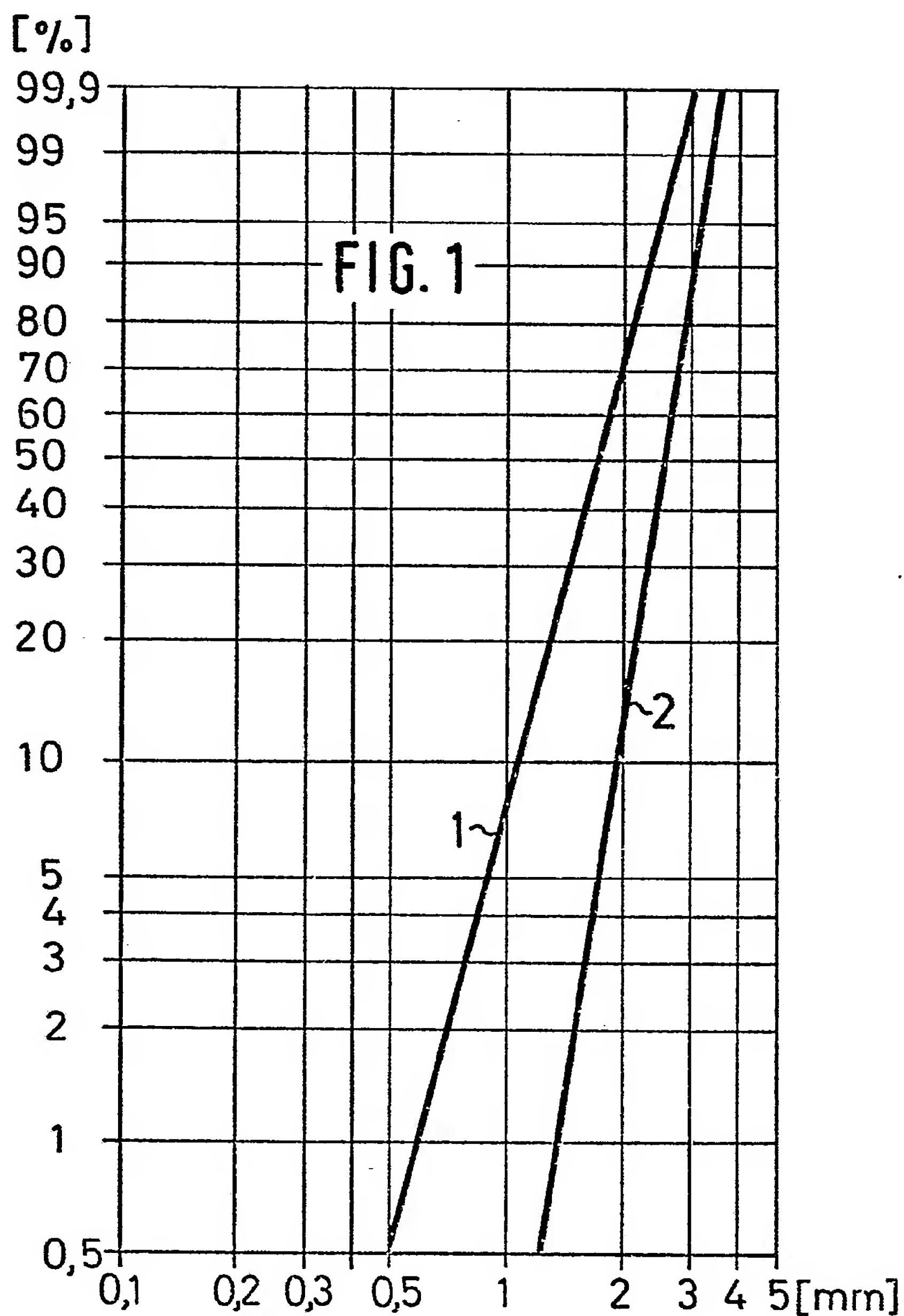
20           gegeben. Nach etwa 3 min beginnen die PVAL-Partikel zu  
            agglomerieren, und nach etwa 16 min werden die Agglomerate  
            wieder zerschlagen. Während des Mischvorgangs steigt die  
            Temperatur innerhalb von 13 min auf 110°C und wird dann  
25           durch Mantelkühlung und Reduzierung der Rührgeschwindig-  
            keit auf 600 Upm innerhalb von 12 min auf 50°C gesenkt.  
            Dann wird das weichmacherhaltige PVAL-Granulat abgelassen.  
            Es besteht aus Partikeln mit Durchmessern im Bereich  
            von 1,0 bis 4,0 mm und ist gut rieselfähig und nicht  
30           klebend. Die Korngrößenverteilung des Ausgangsmaterials  
            (Kurve 1) und des Endprodukts (Kurve 2) ist aus Figur 4  
            ersichtlich.

2841238

Nummer:  
Int. Cl.2:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

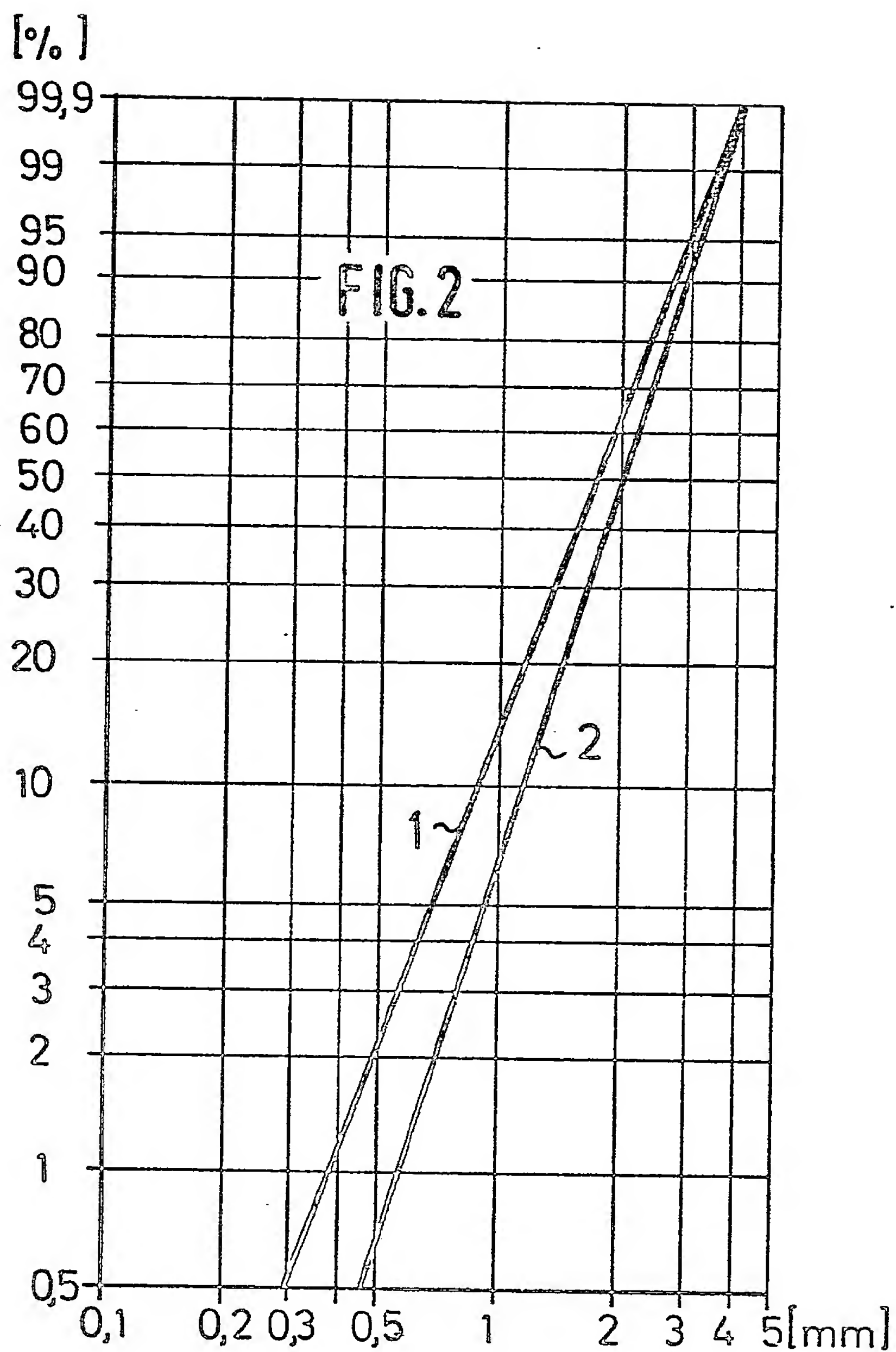
28 41 238  
C 06 L 29/04  
22. September 1978  
3. April 1980

- 19 -

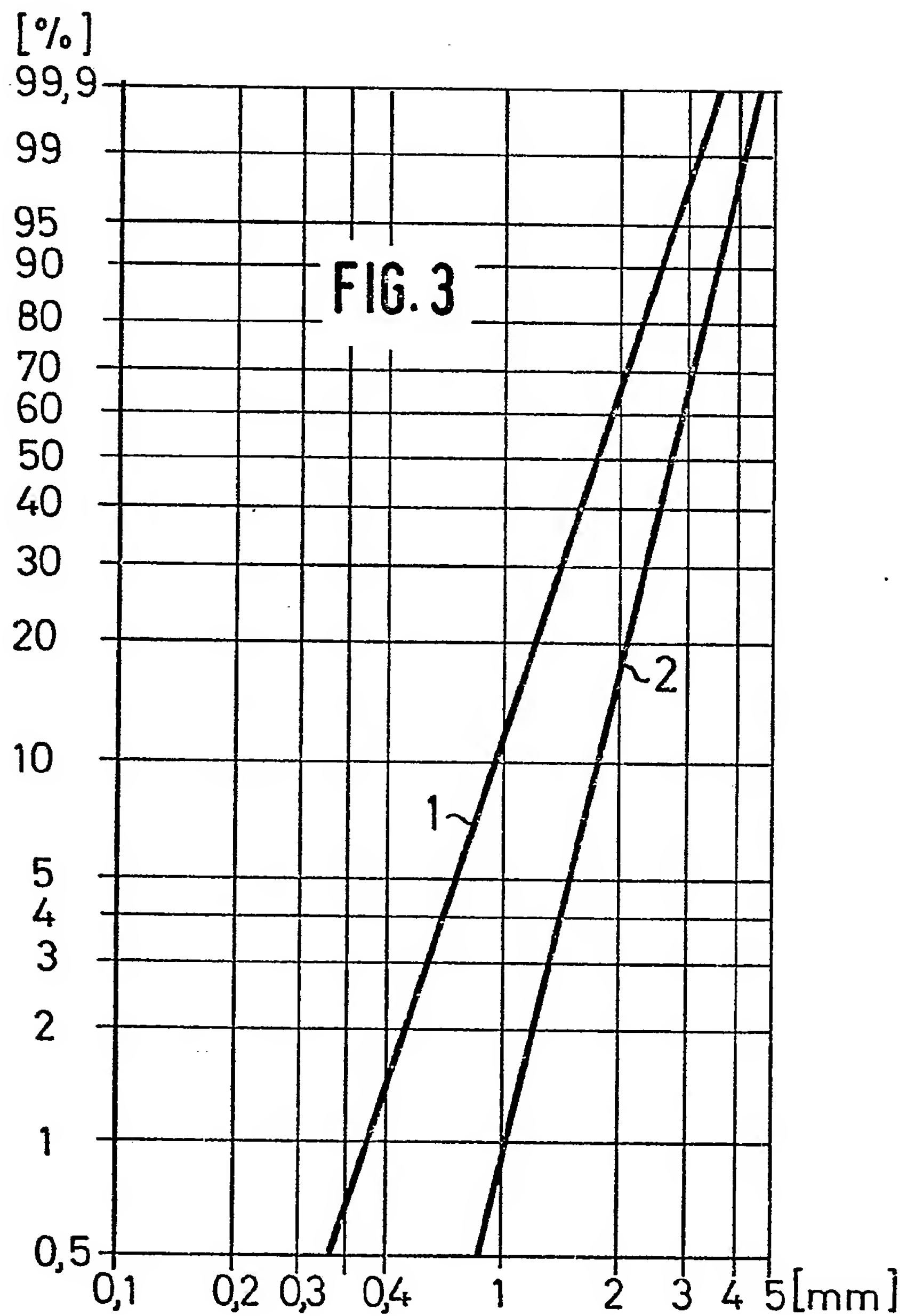


030014/0268

- 16 -



- 17 -



030014/0268

- 18 -

